

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора технических наук

Ревенко Анатолия Григорьевича

на диссертационную работу

Дарьина Федора Андреевича

«Развитие метода конфокальной рентгеновской микроскопии для исследования микровключений в различные геологические матрицы»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики

1. Актуальность темы исследования

В последние десять лет, благодаря улучшениям в фокусирующей оптике и источниках рентгеновского излучения, сформировалась новая область применения РФА, позволяющая получать элементарные изображения образцов с (суб)микрометровым пространственным разрешением. Новый вариант, получил название конфокального микро-РФА. Использование рентгеновской капиллярной оптики (оптики Кумахова) еще больше уменьшает объем зондирования. Это позволило получать важную информацию для широкого круга компонентов твердотельной электроники, для биологических, геологических и археометрических образцов. В сочетании с синхротронным излучением (СИ) рентгеновского микропучка можно достичь абсолютных пределов обнаружения на уровне fg с потенциальным уровнем латерального разрешения около 100 нм. В настоящее время капиллярная рентгеновская оптика достигла определённого уровня зрелости. Тем не менее, возможности этого варианта РФА реализованы далеко не полностью. В этом плане представляется актуальным исследование по разработке и созданию унифицированного модуля конфокальной рентгеновской микроскопии на основе поликапиллярной рентгеновской оптики, выполненное в диссертационной работе Дарьина Федора Андреевича. В силу ряда причин большинство исследователей в России не имеют в своём распоряжении современной аппаратуры. Очевидно, что такое положение не может сохраняться длительное время. На этом общем неблагоприятном фоне выделяются работы, суть которых изложена в рассматриваемой диссертационной работе.

2. Структура и содержание работы

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, списка литературы и приложения. Общий объем работы 141 страница, из них 111 страниц текста, включая 73 рисунка и 6 таблиц. Библиография включает 101 наименование на 16 страницах. В приложении (14 стр.) представлены сканы документов по аттестации методики измерений.

Во введении обоснована актуальность проведенного исследования, определена цель и сформулированы задачи диссертационной работы. Кратко описаны основы метода РФА СИ и возможности реализации конфокальной рентгеновской микроскопии, представлена научная новизна и показана практическая значимость работы, сформулированы научные положения, выносимые на защиту.

В первой главе рассмотрены существующие методы локального анализа элементного состава природных (геологических) образцов, описано применение метода РФА СИ в мировых синхротронных центрах и проведено сравнение аналитических методов. Большое

внимание уделено реализации конфокальных вариантов метода РФА, основанных на использовании рентгеновских трубок и экспериментальных станциях зарубежных источников СИ. В литературном обзоре рассмотрены основные элементы рентгеновской оптики, принципы их работы, области применения и достигнутые параметры (длина, максимальный диаметр входной апертуры, фокусное расстояние, диаметр фокусных пятен).

Во второй главе представлена информация об этапах разработки и создания модуля конфокальной рентгеновской микроскопии для станции «Локальный и сканирующий рентгенофлуоресцентный элементный анализ» накопителя ВЭПП-3. Рассчитаны спектральные характеристики пучка излучения, заданы требования к модулю КРМ: габаритные размеры, юстировочные параметры для оптики, параметры перемещения и ориентации образца, рабочий спектральный диапазон. Проведено обоснование выбора поликапиллярных линз в качестве фокусирующего рентгеновское излучение и собирающего флуоресцентное излучение рентгенооптических элементов. Представлено механическое решение блока КРМ, которое позволяет реализовать методы микро-XAFS, а также РФА-томографии и микродифракции.

Для собранного блока КРМ с использованием теоретических оценок, выполненных на моделях, определена аппаратная функция прибора, описывающая распределение интенсивности излучения в пространстве. Это позволило определить и контролируемо изменять размер фокусного пятна, а также и конфокальный объем путём перестройки положения линз. Модуль КРМ дополнительно апробирован на источнике синхротронного излучения УНУ «КИСИ-Курчатов» в НИЦ «Курчатовский институт» на станциях «РКФМ» и «РТ-МТ».

На основе исследования тест-объектов определены основные параметры КРМ и показана возможность получения микро-XAFS спектров для проведения комплексного анализа исследуемых веществ. В результате проведенных исследований была разработана и аттестована методика выполнения измерений «Конфокальная рентгеновская микроскопия в диапазоне энергий 12-26 кэВ на основе поликапиллярной оптики».

В третьей главе (7 стр., самая короткая в диссертации) представлен модульный протокол исследований, направленных на поиск, локализацию и исследование микрочастиц в различных геологических матрицах. Описана новая методика конфокальной микроскопии с расстройкой, при которой область исследования образца формируется контролируемо в пределах каустик излучения на основе полученных знаний об АФ линз. Применение предложенной схемы экспериментов позволило значительно ускорить поиск в изучаемых образцах частиц определённого типа и локализацию областей, представляющих интерес для исследователя.

В четвёртой главе описаны результаты апробации блока КРМ с использованием модульного протокола исследований на реальных геологических образцах. Решаемые при этом аналитические задачи существенно отличались. Так, при исследовании донных осадков в целях реконструкции климата доказана возможность определения химического состава образцов внутри годового слоя. Эта информация может быть получена при измерении интенсивностей аналитических линий для 8-10 точек, расположенных на линии поперёк слоистой структуры, при размерах годовых слоёв от 0,1 до 1 мм. Выполненные в диссертации исследования образцов рудных пород с достигнутым пространственным разрешением позволили понять, как вели себя отдельные химические элементы при кристаллизации из расплава и последующих геологических процессах.

В заключении систематизированы основные результаты работы и планы дальнейших исследований.

В приложении А приведено свидетельство об аттестации методики измерений «Конфокальная рентгеновская микроскопия в диапазоне энергий 12-26 кэВ на основе поликапиллярной оптики», аттестат № 391-RA.RU.311735-2018 от 18.07.2018.

Автореферат полностью и правильно отражает содержание диссертации.

3. Научная новизна диссертационной работы

Научная новизна представленной диссертационной работы определяется достижением поставленной цели – реализацией, развитием и совершенствованием метода конфокальной рентгеновской микроскопии для исследования различных геологических объектов, включая внедрение модульного протокола исследований и аттестацию методики выполнения измерений. При этом было необходимо решить ряд новых научно-технических задач: рассчитать основные параметры поликапиллярных линз, разработать систему их юстировки и позиционирования образца, собрать модуль КРМ, интегрировать систему управления модуля в управление станцией, провести исследования модельных объектов для определения основных параметров КРМ, разработать новую экспериментальную методику (конфокальная микроскопия с расстройкой) и аттестовать новую методику выполнения измерений с использованием поликапиллярных линз.

В результате автором разработан и создан унифицированный модуль КРМ, который позволил получить сфокусированный пучок на поверхности образца размером порядка 10 мкм, а также реализован новый подход с использованием конфокальной микроскопии с контролируемо изменяемым размером фокусного пятна (конфокального объема), что позволяет значительно сократить время эксперимента в поисковых задачах.

4. Научная и практическая значимость полученных результатов

Созданный модуль КРМ и разработанные для его использования экспериментальные методики дают возможность получения данных о химическом составе и структуре микровключений в различных природных образцах. При изучении стратифицированных донных осадков получены данные об элементном составе отдельных годовых слоев, что позволило решить несколько научных задач – провести реконструкции регионального климата на интервале позднего голоцена с высоким временным разрешением (год на тысячелетней шкале), обнаружить следы крупных землетрясений и вулканических извержений. При исследовании образцов рудных месторождений или внеземного вещества возможно обнаруживать и характеризовать химический состав, размер и форму микрочастиц, а также выделять чёткие границы минеральных зон.

Двух- и трёхмерное картирование исследуемых образцов позволяет находить скрытые микрообъекты в различных матрицах, что совместно с исследованиями локальной структуры позволяет определять не только содержание, но и формы нахождения исследуемых элементов в геологической матрице.

5. Обоснованность и достоверность научных положений, результатов исследования

Кроме разработанной методики, основанной на применении модуля КРМ, использованы методы обычного рентгенофлуоресцентного анализа, электронной и оптической микроскопии, а также XAFS-спектроскопии. 3D модели и конструкторская документация были подготовлены совместно с НКО ИЯФ СО РАН средствами Solid Edge 2020. Проведение экспериментов осуществлялось с помощью программно-аппаратных

средств, интегрированных в станцию «Локальный и сканирующий рентгенофлуоресцентный элементный анализ» накопителя ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН. При работе на станциях «РКФМ» и «РТ-МТ» синхротрона «КИСИ-Курчатов» в НИЦ «Курчатовский институт» измерения выполнялись с помощью программно-аппаратных средств, предустановленных на управляющий компьютер унифицированного модуля КРМ. Обработка экспериментальных данных проводилась с помощью программных пакетов Axil, PyMca, Origin, Matlab, обработка данных XAFS осуществлялась с помощью программных пакетов FeFFIt и Viper.

На основании полученных результатов автором была разработана и аттестована новая методика выполнения измерений «Конфокальная рентгеновская микроскопия в диапазоне энергий 12-26 кэВ на основе поликапиллярной оптики», кроме того, автор внес существенный вклад в разработку модульного протокола выполнения измерений, который позволяет адаптировать установку для проведения комплексных исследований несколькими методиками. Все представленные в диссертации результаты получены лично автором либо при его участии.

6. Соответствие паспорту научной специальности

Содержание диссертационной работы соответствует паспорту научной специальности 1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики (п. 1, п. 3, п. 6 паспорта специальности).

7. Апробация работы

По материалам диссертации опубликовано 26 работ в рецензируемых журналах и сборниках трудов конференций. Основные результаты диссертации представлены в девяти публикациях из них восемь в научных изданиях, рекомендуемых ВАК при Минобрнауки России. Основные результаты работ, положенных в основу диссертации, докладывались на 14 отечественных и международных научных мероприятиях (школах, конференциях).

8. Замечания по диссертационной работе

1. Стр. 40-41. Обычно из рассмотрения ситуации в исследуемой области делается логический вывод о необходимости выполненных в диссертации исследований и разработок. Мне представляется, что этот момент не учтён диссертантом: изложено современное состояние, но не выделены нерешённые проблемы. Ситуацию сглаживает текст, представленный на стр. 4-7.
2. Представляется непродуктивным подход, при котором автором игнорируется ряд работ, опубликованных российскими авторами по проблемам, затронутым в диссертации.
3. В разделе "Цели и задачи исследования" (стр. 5-6) не представлены приемлемые для диссертанта метрологические характеристики разрабатываемых методик исследования.
4. Стр. 19. Не корректно утверждение о том, что при Оже-эффекте происходит выбивание еще одного электрона.
5. Стр. 24. Нет расшифровки (а и б) в подписи к рис. 1.9, а на рис. 4.14 наоборот: расшифровка есть, а на рисунке а-г не отмечены.
6. Стр. 25. РФА, XANES и рентгенофлуоресцентная томография – это не методики, а варианты методов, основанных на применении рентгеновского излучения.
7. Стр. 36. Термин “кумаховод” оригинален, но в литературе пока не встречался.
8. Стр. 39. Не указан источник данных. Для данных 20-летней давности термин “современных” как-то не очень.

9. Автор скупо информирует о результатах применения разработанных методик анализа для решения конкретных геологических проблем. Отсылка к опубликованным автором работам (стр. 87, [75, 77-85]; стр. 102, [99]; стр. 107, [100]).
10. В работе можно встретить неудачные выражения типа: “распределение толщины элемента” (стр. 17) или “Метод активно развивался на рентгеновских трубках” (стр. 21) и др.

Указанные недостатки имеют второстепенный характер, а работа в целом выполнена на высоком теоретическом и экспериментальном уровне и производит благоприятное впечатление.

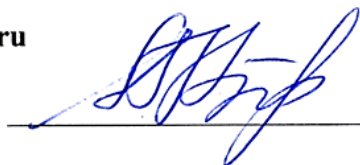
9. Заключение

Дальнейшее усовершенствование метода конфокальной рентгеновской микроскопии в плане применения для других природных материалов позволит решить ряд важных научных проблем. Полученные результаты в целом имеют большое практическое значение. Дарьин Федор Андреевич – сложившийся квалифицированный специалист. Учитывая новизну и практическую ценность полученных результатов, считаю, что диссертационная работа Ф.А. Дарьина «Развитие метода конфокальной рентгеновской микроскопии для исследования микровключений в различные геологические матрицы» полностью соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, предъявляемым к диссертациям на соискание учёной степени кандидата наук, а её автор по научной подготовке и экспериментальным навыкам заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 1.3.2. Приборы и методы экспериментальной физики.

Я, Ревенко Анатолий Григорьевич, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с защитой диссертации Дарьина Федора Андреевича, и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент: Ревенко Анатолий Григорьевич
Доктор технических наук, (02.00.02 - Аналитическая химия)
Старший научный сотрудник,
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт земной коры
Сибирского отделения Российской академии наук, старший научный сотрудник Центра
коллективного пользования «Геодинамика и геохронология»
Член комиссии по рентгеновским методам анализа при ИСАХ РАН
Адрес: 664033, г. Иркутск, ул. Лермонтова, д. 128, ИЗК СО РАН
Тел.: +7 (3952) 42-61-56
Эл. почта: xray@crust.irk.ru

«21» февраля 2023 г.



Ревенко Анатолий Григорьевич

Подпись А.Г. Ревенко заверяю _____
Начальник кадрово-правового отдела ИЗК СО РАН _____
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт земной коры Сибирского отделения Российской академии наук
«22» февраля 2023 г.



Щкольников Олег Анатольевич